

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-018007
(43)Date of publication of application : 20.01.1995

(51)Int.Cl. C08F 2/18
C08F 2/20
C08F 14/06

(21)Application number : 06-114511 (71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD
(22)Date of filing : 28.04.1994 (72)Inventor : AMANO TADASHI
HIYAMA TADAYOSHI

(30)Priority
Priority number : 05131274 Priority date : 07.05.1993 Priority country : JP

(54) PRODUCTION OF VINYL CHLORIDE POLYMER

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a high-quality vinyl chloride polymer while reducing the amt. of scale built up by polymerizing a vinyl chloride monomer in an aq. suspension under conditions that addition of a dispersion stabilizer and agitation of the polymerizing suspension are carried out in specified ways.

CONSTITUTION: A vinyl chloride monomer is polymerized in an aq. suspension under conditions that a partially saponified polyvinyl alcohol with a degree of saponification of 60-80mol%, an average degree of polymn. of 500-1,000, a viscosity of a 4% aq. soln. at 20°C of 15cps or lower, and an absorbance of a 1% aq. soln. at 280nm wavelength of 4 or higher is added as a dispersion stabilizer at the start of polymn; that 0.001-0.5wt.% (based on the monomer) partially saponified polyvinyl alcohol with a degree of saponification of 75-85mol% and an average degree of polymn. of 1,500-2,700 is added when the conversion is in a range of 30-60 %; and that the power of agitation of the polymerizing suspension is 80-120kg.m/s.ton from before the start of polymn. to the conversion of 20-50% and then is 130-200kg.m/s.ton until the completion of polymn.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.04.1999
[Date of sending the examiner's decision of rejection]
[Kind of final disposal of application other

than the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3239613

[Date of registration] 12.10.2001

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

書誌

- (19)【発行国】日本国特許庁（J P）
(12)【公報種別】公開特許公報（A）
(11)【公開番号】特開平 7-18007
(43)【公開日】平成 7 年（1995）1 月 20 日
(54)【発明の名称】塩化ビニル系重合体の製造方法
(51)【国際特許分類第 6 版】

C08F 2/18 MBF
2/20 MBK
14/06

【審査請求】未請求

【請求項の数】1

【出願形態】F D

【全頁数】7

(21)【出願番号】特願平 6-114511

(22)【出願日】平成 6 年（1994）4 月 28 日

(31)【優先権主張番号】特願平 5-131274

(32)【優先日】平 5（1993）5 月 7 日

(33)【優先権主張国】日本（J P）

(71)【出願人】

【識別番号】000002060

【氏名又は名称】信越化学工業株式会社

【住所又は居所】東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

(72)【発明者】

【氏名】天野 正

【住所又は居所】茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地
信越化学工業株式会社塩ビ技術研究所内

(72)【発明者】

【氏名】樋山 忠義

【住所又は居所】茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地
信越化学工業株式会社塩ビ技術研究所内

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】小島 隆司

要約

(57)【要約】（修正有）

【構成】

塩化ビニル又は塩化ビニルを含むビニル系単量体混合物を水性媒体中で懸濁重合する際、（A）重合開始時に、分散安定剤として、けん化度 60～80 モル％、

平均重合度500～1000、4%水溶液の20℃での粘度が15cps以下、1%水溶液の波長280nmにおける吸光度が4以上である部分けん化ポリビニルアルコールを用い、(B)重合率30～60%の間に、けん化度75～85モル%、平均重合度1500～2700の部分けん化ポリビニルアルコールを仕込み単量体に対し0.001～0.5重量%添加することを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法。

【効果】

かさ比重が高く、フリーフロー性、脱モノマー性、ゲル化性、可塑剤吸収性などが良好であると共に、フィッシュアイが少ない高品質の塩化ビニル系重合体を反応系内におけるスケール付着が少なく製造することができる。

請求の範囲

【特許請求の範囲】

【請求項1】

塩化ビニル又は塩化ビニルを含むビニル系単量体混合物を水性媒体中で懸濁重合する際、(A)重合開始時に、分散安定剤として、けん化度60～80モル%、平均重合度500～1000、4%水溶液の20℃での粘度が15cps以下、1%水溶液の波長280nmにおける吸光度が4以上である部分けん化ポリビニルアルコールを用い、(B)重合率30～60%の間に、けん化度75～85モル%、平均重合度1500～2700の部分けん化ポリビニルアルコールを仕込み単量体に対し0.001～0.5重量%添加し、(C)重合開始前から重合率20～50%までの間は、重合懸濁液に対する攪拌動力を80～120kg・m/s・tonとすると共に、(D)その後から重合終了までの間は、重合懸濁液に対する攪拌動力を130～200kg・m/s・tonとすることを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法。

詳細な説明

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高品質の塩化ビニル系重合体を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】塩化ビニル系重合体は、物理的性質に優れた有用な樹脂であり、硬質及び軟質の材料として広く利用されている。

【0003】この塩化ビニル系重合体の成形法としては、カレンダー成形、押し出し成形、射出成形等の方法が一般的であるが、近年、硬質押出成形法による成形法においては、成形機の押出量を増大させる見地から、かさ比重の高い塩化ビニル系重合体の開発が要望されている。

【0004】そのため、水性媒体中における懸濁重合による塩化ビニル系重合体の製造方法において、かさ比重の高い塩化ビニル系重合体を製造する方法が種々

検討されており、例えば単量体を重合途中で添加する方法（特開昭59-16800号公報）、高けん化ポリビニルアルコールを使用する方法（特開昭57-7600号公報）、懸濁剤を重合途中で追加する方法（特開平5-39309号公報）等多数の方法が提案されている。

【0005】しかし、これらの方法によれば、ある程度かさ比重の高い重合体を得ることができるが、得られる重合体の多孔性が乏しいため、成形品のフィッシュアイが増加したり、ゲル化性が劣るなどの問題点がある。また、多孔性が乏しいと、脱モノマー性も悪くなるので、粒子中に残存する未反応単量体の濃度が高くなって重合体製造工程あるいは成形加工工程での作業環境を損い、成形体中にも未反応単量体が残留することがあるため、食品等の用途によっては重大な影響を与える問題がある。

【0006】一方、最近懸濁剤としてのポリビニルアルコールの改良も進み、低重合度、低けん化度のいわゆる油性タイプのものや各種変性基を導入したものなども開発されてきたが、このうち油性タイプのは、脱モノマー性とフィッシュアイの改良効果が認められるものの、かさ比重が低下したり、帯電によるフリーフロー性の低下という問題がある。また、各種変性基を導入したものは、通常の方法では懸濁系の安定性が悪く、スケールが付着したり、粒度がばらつく等の問題がある。

【0007】また、反応系内におけるスケール付着が少なく、得られる塩化ビニル系重合体の嵩比重が高く、脱モノマー、可塑剤吸収性等が良好で、フィッシュアイの少ない塩化ビニル系単量体の懸濁重合方法（特開平4-311708号公報）が提案されているが、この方法は嵩比重の向上は見られるものの押出成形における押出量を増大させる見地から十分でなく、更に嵩比重の高い塩化ビニル系重合体の開発が望まれている。

【0008】本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、かさ比重が高く、フリーフロー性、脱モノマー性、ゲル化性、可塑剤吸収性等が良好であると共に、フィッシュアイが少ない高品質の塩化ビニル系重合体を反応系内におけるスケール付着が少なく製造することができる塩化ビニル系重合体の製造方法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は、上記目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、塩化ビニル単量体又は塩化ビニルを主体とするビニル系単量体の混合物を水性媒体中で懸濁重合する際に、分散剤の種類や添加時期、攪拌条件等について検討を重ねた結果、重合開始時に使用する分散安定剤としてけん化度60～80モル%、平均重合度500～1000、4%水溶液の粘度15cps以下（20℃）、1%水溶液の波長280nmにおける吸光度が4以上の特定の部分けん化ポリビニルアルコールを使用すると共に、更に重合途中でけん化度75～85モル%、平均重合度1500～2700の特定の部分けん化ポリビニルアルコールを添加し、これに加えて重合の進行に応じて適切な攪拌条件、具体的には重合開始前から重合率20～50%までの間は80～120kg・m/s・ton、それ以後から重合終了までは130～200kg・m/s・ton

の攪拌所要動力を採用することにより、かさ比重が高く、フリーフロー性、脱モノマー性、ゲル化性、可塑剤吸収性などが良好である上、フィッシュアイが少ない優れた品質の塩化ビニル系重合体が得られると共に、重合缶内へのスケール付着なしに製造できることを知見した。

【0010】即ち、重合初期から用いる分散安定剤として上述した乳化分散作用が強い部分けん化ポリビニルアルコールを使用するが、このような乳化分散作用が強い分散安定剤を用いた場合、重合初期に高い攪拌動力を与えてしまうと、単量体の分散液滴が細くなりすぎるため、懸濁系が安定せず、粗粒になったり、重合缶内に多量のスケールが付着するなどのトラブルが発生する。このため重合の初期は低めに攪拌動力をコントロールし、その後かさ比重を向上させるため高けん化ポリビニルアルコールを添加すると共に、攪拌動力を上げ、重合体粒子表面に付着した微細な粒子を除去することにより、上述したような高品質の塩化ビニル系重合体をスケール付着なしに得ることができることを見出し、本発明をなすに至ったものである。

【0011】従って、本発明は、塩化ビニル又は塩化ビニルを含むビニル系単量体混合物を水性媒体中で懸濁重合する際、(A) 重合開始時に、分散安定剤として、けん化度60～80モル%、平均重合度500～1000、4%水溶液の20℃での粘度が15cps以下、1%水溶液の波長280nmにおける吸光度が4以上である部分けん化ポリビニルアルコールを用い、(B) 重合率30～60%の間にけん化度75～85モル%、平均重合度1500～2700の部分けん化ポリビニルアルコールを仕込み単量体に対し0.001～0.5重量%添加し、(C) 重合開始前から重合率20～50%までの間は重合懸濁液に対する攪拌動力を80～120kg・m/s・tonとすると共に、(D) その後から重合終了までの間は重合懸濁液に対する攪拌動力を130～200kg・m/s・tonとすることを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法を提供する。

【0012】以下、本発明について更に詳しく説明すると、本発明の塩化ビニル系重合体の製造方法は、上述したように、塩化ビニル又は塩化ビニルを含むビニル系単量体混合物を水性媒体中で懸濁重合するものである。

【0013】この場合、原料は塩化ビニル単独でもよく、塩化ビニル及びこれと共重合可能なビニル系単量体(モノマー)との混合物(塩化ビニルが50重量%以上、更に好ましくは80重量%以上)であってもよい。このモノマーとしては、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビニルエステル、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル等のアクリル酸エステルもしくはメタアクリル酸エステル、エチレン、プロピレン等のオレフィン、ラウリルビニルエーテル、イソブチルビニルエーテル等のビニルエーテル、そのほか無水マレイン酸、アクリロニトリル、スチレン、塩化ビニリデン等の塩化ビニルと共重合可能な単量体を挙げることができ、これらの1種を単独で又は2種以上を塩化ビニルと併用することができる。

【0014】また、重合開始剤は従来塩化ビニル系の重合に使用されているもので良く、具体的にはジイソプロピルパーオキシジカーボネート、ジ-2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート、ジエトキシエチルパーオキシジカーボネー

ト等のパーカーボネート化合物、*t*-ブチルパーオキシネオデカネート、*t*-ブチルパーオキシピバレート、*t*-ヘキシルパーオキシピバレート、 α -クミルパーオキシネオデカネート、2, 4, 4-トリメチルペンチル-2-パーオキシ-2-ネオデカネート等のパーエステル化合物、アセチルシクロヘキシルスルホニルパーオキシド、2, 4, 4-トリメチルペンチル-2-パーオキシフェノキシアセテート、3, 5, 5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド等の過酸化物、アゾビス-2, 4-ジメチルバレロニトリル、アゾビス(4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)等のアゾ化合物などを併用することができる。これらの中ではパーカーボネート化合物、パーエステル化合物が好ましい。

【0015】重合開始剤の反応系への添加量は、塩化ビニル単量体又は塩化ビニルを主体とするビニル系単量体の混合物の全仕込量100重量部当り0.03～0.2重量部の割合で用いることができる。また、添加方法は、上記単量体の仕込後、溶剤で希釈するか、あるいは水性エマルジョンとして反応系にポンプで投入する方法を採用することができる。

【0016】本発明においては、この重合に際しての仕込み方法、仕込み割合、重合温度等の他の条件は通常の方法を採用することができるが、仕込みの水と単量体の比は水/単量体=0.9～1.5(重量比)の範囲が好ましい。また、重合の途中で水を追加しても良い。更に、昇温時間の短縮、懸濁系の安定のために、脱イオン水を40～50℃の温水で仕込むことが好ましい。なお、水/単量体の重量比が0.9未満であると、懸濁安定性が損なわれて、得られる塩化ビニル系重合体の粒度分布がブロードになったり、粗粒が生じたり、或いはスケール付着が生じ易くなる場合がある。一方、1.5を超えると、嵩比重の向上の点で十分な効果が得られないおそれがある。より好ましくは、水/単量体=1.0～1.25(重量比)である。

【0017】而して、本発明においては、重合開始からの分散安定剤として、けん化度60～80モル%、平均重合度500～1000、4%水溶液の20℃での粘度が15cps以下、1%水溶液の波長280nmにおける吸光度が4以上である部分けん化ポリビニルアルコールを用いる。好ましくは、けん化度65～75モル%、平均重合度700～1000、4%水溶液の20℃での粘度4～8cps、上記吸光度4.5～7.5の部分けん化ポリビニルアルコールを用いる。

【0018】この値を満足しない部分けん化ポリビニルアルコールを用いると、かさ比重が上がらないばかりか、フィッシュアイが増加することになり、本発明の目的を達成することができない。

【0019】このような部分けん化ポリビニルアルコールの仕込み量は、仕込み単量体に対し、0.02～0.08重量%の範囲が好ましく、また、仕込み方法は、水などの溶媒に分散溶解させて重合缶内に仕込むことが好ましい。

【0020】ビニル系単量体、上記分散安定剤などを仕込んだ後、仕込内容物を均一分散させるために攪拌を開始するが、この場合、本発明においては、その時

の攪拌所要動力を $80 \sim 120 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ 、好ましくは $90 \sim 110 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ に設定し、この初期攪拌所要動力を重合率 $20 \sim 50\%$ 、好ましくは $30 \sim 40\%$ の間維持するようにする。

【0021】この初期攪拌所要動力が上記値でないと、得られる重合体のかさ比重が上がらず、しかも重合缶内へのスケール付着、粗粒の発生が起こり、好ましくない。

【0022】次に、本発明においては、その後、回転数を変化させて攪拌所要動力を $130 \sim 200 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ 、好ましくは $130 \sim 180 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ に上昇させ、この最終攪拌所要動力を重合終了時まで維持する。

【0023】この最終攪拌所要動力が $130 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ より低いと、嵩比重が低下したり、可塑剤吸収性が低下したり、残留単量体量が多くなり、好ましくない。また、重合末期の徐熱が困難になり、リフラックスコンデンサー使用時に重合体がコンデンサー内に飛散する(carry over)現象が生じて好ましくない。一方、 $200 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ を超えると、粒径が細かくなり、フリーフロー性が低下する。

【0024】また、本発明においては、重合率 $30 \sim 60\%$ 、好ましくは $40 \sim 50\%$ の間に、けん化度 $75 \sim 85$ モル%、平均重合度 $1500 \sim 2700$ 、好ましくはけん化度 $80 \sim 85$ モル%、平均重合度 $2000 \sim 2700$ の部分けん化ポリビニルアルコールを仕込み単量体に対し $0.001 \sim 0.5$ 重量%、好ましくは $0.001 \sim 0.2$ 重量%、更に好ましくは $0.001 \sim 0.1$ 重量%添加する。

【0025】この添加時期が重合率 30% より低いと、粒径が細かくなり、かさ比重が低下すると共に、フリーフロー性が悪化する。重合率が 60% を超えた時点で添加すると、かさ比重上昇効果が期待できない。

【0026】また、平均重合度 1500 未満、けん化度 75 モル%未満の部分けん化ポリビニルアルコールを用いると、かさ比重上昇効果がなく、平均重合度 2700 を越え、けん化度 85 モル%を超える部分けん化ポリビニルアルコールを用いると、かさ比重向上効果が不十分になると共に、フィッシュアイが増加する。

【0027】更に、添加量が 0.001 重量%より少ないと、かさ比重向上効果が生じず、 0.5 重量%より添加量を多くすると、効果が飽和してしまい、経済的に不利になる。

【0028】本発明は、上述したように特に重合率に応じて攪拌動力を選定したものであるが、これに伴い重合器及び攪拌系の構造が重要であり、重合器としては L/D が $1.5 \sim 2.5$ の範囲が好ましく、攪拌機としては、パドル、ファウドラ、プロペラ、タービンなどを多段で用いるのが良く、バツフルとの組み合わせが良い。

【0029】なお、本発明においては、必要に応じて塩化ビニル系の重合に適宜使用される重合調整剤、連鎖移動剤、pH調整剤、ゲル化改良剤、帯電防止剤、架橋剤、安定剤、充填剤、酸化防止剤、緩衝剤、スケール防止剤等を通常時期に添加することも任意である。

【0030】

【発明の効果】本発明の塩化ビニル系重合体の製造方法によれば、かさ比重が高く、フリーフロー性、脱モノマー性、ゲル化性、可塑剤吸収性などが良好であると共に、フィッシュアイが少ない高品質の塩化ビニル系重合体を反応系内におけるスケール付着が少なく製造することができる。

【0031】

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に示すが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0032】【実施例1、2、比較例1～5】内容積2.1m³のステンレス製重合缶に45℃の脱イオン水845kg及び表1、2に示す分散安定剤を同表に示す量で仕込み、缶内を50mmHgになるまで脱気した。次に、塩化ビニル単量体760kgを仕込み、表1、2に示す条件で攪拌しながらジャケットに熱水を通して昇温を開始すると同時に、ジー2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート420gを重合缶内に圧入して重合を開始した。

【0033】その後、57℃の温度を保ちながら重合反応を行い、重合途中で表1、2に示す懸濁剤を添加すると共に、同表に示すように攪拌条件を変更した。

【0034】重合缶内の圧力が6.0kg/cm²Gに達した時点で未反応単量体を回収し、重合体をスラリー状で缶外に抜き出し、脱水乾燥して塩化ビニル重合体を得た。

【0035】【比較例6】内容積2.1m³のステンレス製重合缶に45℃の脱イオン水845kg及び分散剤Aを塩化ビニル単量体に対して0.04重量%仕込み、缶内を50mmHgになるまで脱気した。次に、塩化ビニル単量体760kgを仕込み、攪拌動力を120kg・m/s・tonで攪拌しながらジャケットに熱水を通して昇温を開始すると同時に、ジー2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート420gを重合缶内に圧入して重合を開始した。

【0036】その後、57℃の温度を保ちながら重合反応を行い、重合途中の攪拌条件において、重合率10%で攪拌動力を110kg・m/s・ton、重合率20%で攪拌動力を100kg・m/s・ton、重合率60%で攪拌動力を140kg・m/s・tonに変更し、重合終了まで続けた。重合缶内の圧力が6.0kg/cm²Gに達した時点で未反応単量体を回収し、重合体をスラリー状で缶外に抜き出し、脱水乾燥して塩化ビニル重合体を得た。

【0037】得られた塩化ビニル重合体について、下記に示す方法により、かさ比重、粒度分布、DOP吸収量、フィッシュアイ、残留単量体量、ゲル化を測定し、また、重合缶内のスケール付着を目視で観察した。結果を表2に併記する。
かさ比重 J I S K-6721に従って測定した。

粒度分布 J I S

Z-8801に準じた。#60、#100、#200の各篩を用いて篩分し、通過量(重量%)を計量した。

DOP吸収量 内径25mm、深さ85mmのアルミニウム合金製容器の底にグラスファイバーを詰め、得られた塩化ビニル重合体10gを採取して投入する。これにジオクチルフタレート(DOP)15ccを加え、30分放置してDOPを

樹脂に十分浸透させる。その後、1500Gの加速度下に過剰のDOPを遠心分離し、樹脂に吸収されたDOPの量を樹脂100重量部当りの値で求めた。フィッシュアイ得られた塩化ビニル重合体100重量部、DOP50重量部、ステアリン酸バリウム0.1重量部、ステアリン酸カドミウム0.1重量部、セタノール0.8重量部、スズ系安定剤2.0重量部、二酸化チタン0.5重量部及びカーボンブラック0.1重量部を、140℃の6インチロールで5分間混合混練し、厚さ0.3mmのシートとして分取し、このシート100cm²中の白色透明粒子の数で示した。

残留単量体量得られた塩化ビニル重合体の一定量をテトラヒドロフランに溶解してガスクロマトグラフにより重合体中の単量体含有量を定量した。残存モノマー量は、乾燥重合体当りのppmで表した。

ゲル化塩化ビニル重合体100重量部に対して三塩基性硫酸鉛0.5重量部、ステアリン酸鉛2.5重量部、ステアリン酸バリウム0.7重量部をヘンシェルミキサーにて配合した試料67gをブラベンダープラスチコーダーに入れて、210℃、40rpmで混練し、最大トルクを示すまでの時間をゲル化時間とした。

重合缶内のスケール付着状態スラリーを器外に取り出した後の重合器内におけるスケールの付着状態を観察し、次の基準で評価した。

◎：スケールの付着がなく金属鏡面の光沢がある。

○：金属鏡面にやや曇がある。

×：金属表面全面にフィルム状のスケールがある。

【0038】

【表1】

		実 施 例		
		1	2	
分散剤の種類、 添加量、時期	A	0.04 % 開始時	0.04 % 開始時	
	B	0.02 % 重合率 40 %時	0.05 % 重合率 50 %時	
攪 拌 条 件		* 重合率 40 %まで 100kg・m /s・ton (200rpm) * それ以 降130kg・ m/s・ton (215rpm)	* 重合率 30 %まで 90kg・m/ s・ton (190rpm) * それ以 降170kg・ m/s・ton (230rpm)	
試 験	か さ 比 重	0.585	0.583	
	粒 度 分 布	# 60	100	100
		# 100	25.3	21.1
		# 200	0.0	0.0
	可 塑 剤 吸 収 量		21.3	22.1
	フィッシュアイ		0	0
	残 留 単 量 体 量		0.1 >	0.1 >
	ゲ ル 化		4.5	4.3
	缶内スケール付着		◎	◎

【 0 0 3 9 】

【表 2】

		比較例					
		1	2	3	4	5	6
分散剤の種類、 添加量、時期	D	-	-	-	-	0.04 % 開始時	-
	A	0.04 % 開始時	0.04 % 開始時	0.04 % 開始時	-	-	0.04 % 開始時
	B	-	-	0.02 % 重合率 40 %時	0.07 % 開始時	0.02 % 重合率 40 %時	-
	C	-	-	-	0.02 % 重合開始前	-	-
攪拌条件		最初から 最後まで 100kg・m /s・ton (200rpm)	*重合率 40 %まで 100kg・m /s・ton (200rpm) *それ以 降130kg・ m/s・ton (215rpm)	最初から 最後まで 100kg・m /s・ton (200rpm)	最初から 最後まで 100kg・m /s・ton (200rpm)	*重合率 40 %まで 100kg・m /s・ton (200rpm) *それ以 降130kg・ m/s・ton (215rpm)	*重合率 10 %まで 120kg・m /s・ton *重合率 10~20 % を110kg・ m/s・ton *重合率 20~60 % を100kg・ m/s・ton *それ以 降140kg・ m/s・ton
試験	かさ比重	0.545	0.537	0.567	0.550	0.502	0.558
	粒度 分布	# 60	100	100	100	99.5	98.5
		# 100	23.4	30.1	21.3	31.2	11.3
		# 200	0.0	0.2	0.0	0.7	0.0
	可塑剤吸収量	22.4	22.5	20.5	19.0	22.8	23.9
	フィッシュアイ	1	1	3	40	5	3
	残留単量体量	0.2	0.1	0.3	2.5	0.2	0.3
	ゲル化	5.1	5.0	5.2	6.9	5.9	5.2
	缶内スケール付着	○~×	○~×	○	○	×	×

分散剤Aけん化度72.4モル%、平均重合度770、4%水溶液の粘度5.7
cps、1%水溶液の波長280nmにおける吸光度6.5の部分けん化ポリ
ビニルアルコール分散剤Bけん化度80.2モル%、平均重合度2600の部分
けん化ポリビニルアルコール分散剤Cメトキシ置換度が29.2重量%、ヒドロキ
シプロポキシ置換度が8.9重量%であり、その2重量%水溶液の20℃にお

る粘度が49.5cpsであるヒドロキシプロピルメチルセルロース分散剤Dに
ん化度72.4モル%、平均重合度770、4%水溶液の粘度5.7cps、1
%水溶液の波長280nmにおける吸光度3.2の部分けん化ポリビニルアルコ
ール【0040】表1の結果より、本発明の製造方法によれば、かさ比重が高く
、微粉が少なく、フィッシュアイが少ない上、残留単量体量が少ない塩化ビニル
重合体が得られると共に、缶内へのスケール付着が少ないことが認められる。

【0041】これに対し、重合途中で分散剤を添加しない場合は、攪拌条件を本
発明と同様にしてもかさ比重が低い(比較例2)。また、重合途中で分散剤を本
発明と同様に添加しても、攪拌条件が最初から最後まで同じであるとフィッシュ
アイが多く、残留単量体量も多い(比較例3)。更に、本発明の重合条件をはす
れると、缶内へのスケール付着が多いことが認められる。

【0042】次に、上記実施例1、比較例6の塩化ビニル重合体の押出量を下記
方法で比較した。

配合組成塩化ビニル重合体 100 重量部鉛系安定剤 2.5

〃ステアリン酸バリウム 0.5 〃ステアリン酸 0.3 〃ポリエチレンワックス
0.3

〃10リットルヘンシェルミキサーに上記成分を上記割合で入れ、攪拌混合し、
内温が120℃に到達した時点でヘンシェルミキサーのジャケット内に冷却水を
通水し、ヘンシェルミキサー内のコンパウンドを冷却して、塩化ビニル重合体硬
質押出用コンパウンドを得た。

【0043】20mmφの押出機を使用し、下記条件で上記コンパウンドから5
×10mm角棒を押出し、その時の押出量を調べた。結果を下記に示す。

押出条件スクリュ

CR=3.0, L/D=20, 回転数30rpmシリンダー温度

C₁=160℃〃 C₂=180℃〃 C₃=170℃ダイス温度

D=180℃押出量結果実施例1の塩化ビニル重合体

43g/min比較例6の〃 39g/min